

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of  
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

***This Page Blank (uspto)***

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

①1 N° de publication :

(A n'utiliser que pour  
le classement et les  
commandes de reproduction).

**2.197.521**

②1 N° d'enregistrement national

(A utiliser pour les paiements d'annuités,  
les demandes de copies officielles et toutes  
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

**73.31659**

# DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

1<sup>re</sup> PUBLICATION

- ②2 Date de dépôt ..... 31 août 1973, à 16 h 30 mn.
- ④1 Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — «Listes» n. 13 du 29-3-1974.
- ⑤1 Classification internationale (Int. Cl.) A 23 c 9/10; A 23 j 1/20.
- ⑦1 Déposant : Société dite : UNILEVER N.V., résidant aux Pays-Bas.
- ⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1
- ⑦4 Mandataire : Alain Casalonga, 8, avenue Percier, 75008 Paris.
- ⑤4 Procédé de préparation de produits laitiers à teneur réduite en calcium.
- ⑦2 Invention de :
- ③3 ③2 ③1 Priorité conventionnelle : *Demande de brevet déposée en Grande-Bretagne le  
1er septembre 1972, n. 40.736/1972 au nom de la Société dite : Unilever Limited.*

La présente invention concerne la préparation de produits laitiers comprenant de la caséine coagulée, spécialement ceux appelés fromage frais et yogourt.

Le fromage frais et le yogourt sont des produits laitiers obtenus par culture de bactéries produisant de l'acide lactique dans du lait entier ou dans un produit laitier liquide, comme du lait écrémé ou du lait en poudre reconstitué. Le lait est d'habitude pasteurisé avant d'être ensemencé au moyen de la culture, puis est mis à incuber pendant une durée convenable jusqu'au moment où il a acquis l'acidité et la saveur requises et où la caséine qu'il contient s'est coagulée. La saveur et la texture du produit dépendent de la nature des organismes utilisés.

Pour le fromage frais, on utilise habituellement des cultures de Streptococcus cremoris, parfois conjointement avec d'autres organismes qui améliorent le développement de l'arôme, par exemple Streptococcus lactis, Leuconostoc citrovorum et Streptococcus diacetylactis. L'acide lactique que produit la fermentation confère une partie de la saveur et fait coaguler la caséine en un caillé qui est habituellement séparé du sérum dont la protéine reste non précipitée. Le caillé, qui constitue le fromage de lait écrémé brut et qui est appelé aussi fromage frais, est emballé et consommé sans subir les autres opérations qui sont habituelles pour d'autres variétés de fromages.

Dans le cas du yogourt, la culture comprend des thermobactéries, normalement un mélange de Streptococcus thermophilus et de Lactobacillus bulgaricus, mais, contrairement à la préparation du fromage frais ordinaire, la séparation du sérum est évitée du fait que l'incubation est effectuée en milieu calme pour qu'il se constitue un réseau de caséine précipitée qui retient le sérum.

La demande de brevet anglais n° 21 793/72 décrit un procédé de préparation du fromage frais et du yogourt, suivant lequel on applique une filtration sur membrane par osmose inverse pour concentrer les protéines du lait de départ sans élever sa concentration en sels minéraux qui pourraient conduire à une altération de la saveur du produit final. Un tel procédé permet de préparer du fromage frais ayant une tendance beaucoup plus faible, sinon nulle, à laisser se

séparer le sérum, de sorte que la quantité de fromage frais obtenue à partir d'une quantité déterminée de matière première est plus grande. Il a été constaté que, bien qu'un tel procédé permette d'éliminer aisément par filtration sur membrane les minéraux tels que les sels de sodium et de potassium, il ne permet de séparer qu'une faible proportion (10 %) du calcium en présence, parce que celui-ci est combiné en majeure partie à la caséine et que, bien que l'élimination des ions calcium de la solution par passage à travers la membrane perturbe l'équilibre entre le calcium combiné à la protéine et le calcium dissous, la vitesse de rétablissement de l'équilibre est trop faible pour que la filtration sur membrane soit efficace pour séparer le calcium combiné à la protéine.

La demanderesse a découvert à présent que, dans la préparation du fromage frais, du yogourt et des autres produits laitiers contenant de la caséine coagulée à partir d'un lait qui a été concentré par filtration sur membrane, le résidu relativement important de calcium est la cause d'une saveur minérale qui est désagréable au goût et que cet inconvénient peut être évité par exécution de la filtration sur membrane en milieu acide qui permet le dégagement d'une grande partie du calcium combiné à la caséine, mais qui n'entraîne cependant pas la précipitation de la protéine. Une quantité typique de calcium subsistant après la filtration sur membrane à un pH de 6,7 est de 4 % du poids de la caséine en présence, mais cette quantité peut être abaissée facilement, par exemple à 2,5 % par exécution de la filtration à un pH de 5,9. La demanderesse a découvert aussi que le recours à un milieu acide pour la filtration permet d'atténuer le pouvoir tampon du milieu d'incubation résultant de la présence des ions calcium et phosphate, de sorte que la quantité d'acide lactique requise pour établir le pH nécessaire à la coagulation de la caséine est diminué, ce qui améliore davantage encore la saveur du produit. Normalement, la quantité d'acide lactique dans du lait écrémé incubé qui a été coagulé et dont le pH est de 4,5 est d'environ 1,5 à 1,8 % en poids, alors que, suivant le procédé de l'invention, la quantité d'acide lactique pour atteindre un pH de 4,5 peut être réduite à environ 1,1 à 1,3 % en poids.

L'invention a donc pour objet un procédé pour préparer un produit laitier propre à la coagulation, en particulier au moyen d'un acide, en un coagulat de protéine d'une moindre teneur en calcium, suivant lequel on soumet un milieu aqueux contenant de la caséine en dispersion à une filtration sur membrane pour séparer la caséine et au moins une partie des sels minéraux, notamment le calcium combiné qui est dégagé par exécution de la filtration dans des conditions d'acidité et de température telles que la protéine reste non coagulée, de préférence à un pH de 6,4 à 5,3. La caséine peut, par la suite, être précipitée par un abaissement du pH du milieu aqueux jusqu'à ce que le point isoélectrique de la caséine (pH d'environ 5,2) soit atteint ou franchi.

La coagulation de la protéine doit être évitée jusqu'au moment où la réduction de la teneur en calcium et la concentration éventuellement à effectuer sont achevées, parce que ces opérations sont conduites tandis que le milieu s'écoule et donnerait donc un coagulat fort médiocre qui, de plus, générerait la séparation, par exemple par colmatage de la membrane servant à séparer le calcium.

Du fait que le calcium est plus aisément dégagé de la caséine à un pH plus voisin de son point isoélectrique, mais qu'à un pH inférieur à 5,4 et supérieur à 5,2, il existe normalement un risque de début de précipitation, il peut être préférable de dégager le calcium en soumettant le milieu aqueux à une acidification limitée jusqu'à un pH de 6,2 à 5,4 et spécialement de 5,9 à 5,4. Il est cependant possible d'entretenir, pendant le dégagement des ions calcium, des conditions, par exemple une basse température, dans lesquelles la coagulation de la caséine est supprimée au-dessous de la valeur normale du pH. Par exemple, à 5°C la coagulation ne se fait qu'à un pH beaucoup inférieur à 5. La température pour l'exécution du procédé est de préférence de 5 à 80°C et en particulier de 5 à 50°C.

Le calcium est retenu dans les produits à la caséine coagulés en milieu quasi neutre, comme dans la préparation du fromage, mais aussi dans les produits coagulés en milieu acide dans lesquels le sérum est retenu par la caséine coagulée, ainsi qu'il en est du yogourt préparé de la façon habituelle, ou également dans les produits à la caséine prépa-

rés à partir d'un milieu aqueux concentré par filtration sur membrane.

Comme milieu aqueux contenant de la caséine dispersée, il est possible d'utiliser du lait entier, du  
5 lait écrémé isolé directement du lait entier par centrifugation ou du lait écrémé obtenu par reconstitution au moyen d'eau d'un lait en poudre, de préférence dégraissé. Ce milieu aqueux contient donc normalement le lactose du lait, de même que les autres protéines du lait. Normalement, on utilise le lait de  
10 vache, mais il est possible de prendre le lait d'autres animaux domestiques, comme la brebis, la chèvre, la bufflonne, la jument ou l'ânesse. La concentration en protéine dans le lait de départ dépend du degré de concentration qui doit être atteint au cours de la filtration sur membrane, de même que  
15 de la nature du produit recherché. Ainsi, le fromage frais contient normalement 7 à 15 % en poids de caséine, et, comme milieu aqueux contenant de la caséine dispersée, il est en général nécessaire de prendre un lait ayant une concentration en caséine d'environ 15 à 50 % de celle du milieu obtenu lorsque  
20 la filtration sur membrane est achevée. Par conséquent, pour la préparation du fromage frais conformément à l'invention, on utilise d'habitude un lait contenant 2,5 à 4 % de protéine au total. D'autre part, pour obtenir du yogourt dont la concentration finale en protéine est normalement de 4 à 5 % en poids,  
25 un lait de départ contenant environ 2 % de protéine au total suffit.

La conduite de la filtration sur membrane est classique et peut être effectuée à l'aide de membranes semi-perméables disponibles dans l'industrie. La nature de la mem-  
30 brane semi-perméable à utiliser dans le procédé suivant l'invention dépend de ses propriétés de refus. La membrane doit en tout cas être de nature à retenir toute la substance protéique du lait de départ et à laisser passer les sels minéraux, y compris les ions calcium, et un peu d'acide lactique, mais peut  
35 exclure ou permettre le passage du lactose suivant la concentration en lactose du lait de départ et la quantité de lactose requise dans le produit final, compte tenu de son pouvoir édulcorant et de sa valeur alimentaire.

Le facteur de refus R d'une membrane utilisée dans le procédé de l'invention est de préférence d'au moins  
40

0,8 et spécialement d'au moins 0,98 pour la protéine du sérum. La valeur de R est donnée par la relation :

1. Concentration du soluté dans le liquide ayant traversé la membrane  
Concentration du soluté dans le liquide admis à la membrane,

5 où le liquide admis à la membrane est la solution sous pression en contact avec la membrane et le liquide ayant traversé la membrane est celui qui se trouve en contact du côté du filtrat. Pour un soluté totalement impropre à traverser la membrane,  $R = 1$  et pour un soluté passant aussi facilement que  
10 l'eau,  $R = 0$ . S'il est nécessaire que le lactose soit éliminé au cours de la filtration sur membrane, la valeur de R pour le lactose ne peut excéder 0,15 pour que la majeure partie du lactose puisse passer dans le filtrat. D'autre part, si une importante fraction du lactose doit subsister dans le produit, la  
15 valeur de R pour le lactose peut atteindre 0,5.

Les membranes semi-perméables d'usage courant pour la filtration sur membrane, sont faites d'acétate de cellulose ou d'une résine synthétique, par exemple de poly(chlorure de vinyle), de polyacrylonitrile, de polyoléfines ou de polymères acryliques, de même que de produits de réaction de polyanions et polycations organiques. La membrane peut être utilisée sous diverses formes, par exemple sous la forme d'une pellicule plate ou d'un tube, auxquelles de la rigidité mécanique est avantageusement conférée par un support poreux. La pression  
20 assurant l'osmose inverse et chassant l'eau et les ions métalliques à travers la membrane est généralement de 1 à 50 kg/cm<sup>2</sup>.

D'autres techniques de filtration qui sont applicables à la séparation des ions calcium dégagés de la caséine du milieu aqueux sont la dialyse, également effectuée au  
30 moyen d'une membrane. La teneur en protéine du milieu aqueux est de préférence augmentée pendant la séparation des ions calcium, à peu près jusqu'à la valeur désirée pour le produit contenant la protéine coagulée, par exemple le yogourt ou le fromage frais recherché, ce qui évite tout dégagement de sérum  
35 comme décrit dans la demande de brevet précitée.

Il est préférable, suivant l'invention, d'effectuer la filtration sur membrane pour réaliser une concentration de la protéine à peu près jusqu'à la teneur en protéine du produit final, dans des conditions de pH aussi voisines



que possible de celles dans lesquelles la précipitation est effectuée couramment pour la préparation.

Le pH du milieu aqueux subissant la filtration sur membrane peut être ajusté entre la valeur du pH du lait ordinaire, qui est de 6,5 à 6,7 et la valeur requise et de préférence à une valeur de 6,2 à 5,3 de différentes façons. Par exemple, le pH auquel est effectuée la filtration sur membrane peut être établi par addition d'acide comestible, comme l'acide lactique, malique ou citrique, au milieu aqueux contenant la caséine et ayant un pH de 6,5 à 6,7. De préférence toutefois, le milieu aqueux contient du lactose et le pH auquel est effectuée la filtration sur membrane est établi par incubation dans le milieu d'une culture produisant de l'acide lactique. Une telle culture peut être une culture pour fromage frais ou yogourt, de sorte que la première partie d'une incubation typique pour fromage frais ou yogourt peut être effectuée jusqu'au moment où le pH nécessaire pour l'exécution de la filtration sur membrane est atteint. L'incubation peut être alors interrompue, tandis que le milieu aqueux est soumis à la filtration sur membrane, cette opération pouvant être exécutée simplement par ajustement de la température à une valeur à laquelle la culture est dormante et/ou à laquelle la coagulation est supprimée, par exemple par refroidissement ou par chauffage. Il peut être avantageux d'élever la température pour provoquer la dormance, parce que la filtration sur membrane est plus efficace aux températures élevées qu'aux basses températures. D'autre part, si la culture reste active aux basses températures auxquelles la coagulation est supprimée, le produit recherché peut être obtenu dès que la filtration est achevée par chauffage du milieu.

Streptococcus cremoris servant à produire le fromage frais est actif de 15 à 35°C et présente une allure d'incubation optimale de 23 à 28°C, mais entre en dormance lorsque la température tombe dans l'intervalle de 0 à 12°C ou dans celui de 37 à 65°C. Les thermobactéries pour la préparation du yogourt, d'autre part, exigent une température de 43 à 45°C pour leur activité optimale et peuvent être amenées dans un état de dormance par refroidissement à une température de 0 à 20°C, mais un intervalle de température au-delà de 45°C permettant la dormance n'existe toutefois pas parce que les

températures auxquelles les bactéries sont détruites sont rapidement atteintes. Il est évident que, si la chose est désirée, le produit peut être effectivement pasteurisé à ce stade, avant de subir la filtration sur membrane. Il est évident aussi que  
5 la culture utilisée pour l'acidification ne doit pas être la même que pour la coagulation ultérieure de la protéine.

Lorsque les bactéries ont été mises en état de dormance par la température entretenue pendant la filtration sur membrane, une faible activité des bactéries pendant la  
10 durée relativement longue requise pour la filtration sur membrane peut conduire à un faible abaissement du pH, d'après la température entretenue, et un autre faible abaissement du pH est constaté en raison de la perte d'ions métalliques sans élimination correspondante d'acide lactique. Un procédé faisant  
15 intervenir une culture dormante pendant la filtration sur membrane est à considérer comme un procédé au cours duquel l'évolution du pH ne porte pas sur plus de 0,4 ou 0,5 unité pendant la filtration sur membrane. Lorsque la filtration sur membrane est achevée, suivant le choix de la concentration en  
20 protéine et en calcium subsistant dans le produit, l'incubation peut être recommencée et poursuivie jusqu'à ce que la caséine ait précipité et, à cette fin, les bactéries qui ont été maintenues en dormance sont réactivées par ajustement de la température afin qu'elles recommencent la fermentation jusqu'au moment où le pH est suffisamment abaissé pour que la précipitation complète de la caséine ait lieu et donne le coagulat voulu par exemple jusqu'à un pH de 4,5.

Suivant une forme de réalisation particulièrement utile de l'invention, l'incubation n'est pas interrompue tandis que le milieu aqueux est soumis à la filtration sur membrane, cette dernière opération étant au contraire effectuée à un pH de 6,4 à 5,3 pendant l'incubation. De préférence, le pH du milieu aqueux est de 6,2 à 5,3 pendant au moins  
30 50 % de la durée d'exécution de la filtration sur membrane et spécialement le pH du milieu aqueux est de 5,9 à 5,4 pendant au moins 90 % de cette durée. Il peut être nécessaire d'harmoniser les programmes d'incubation et de filtration sur membrane pour réaliser une combinaison commode des deux opérations. Le  
35 programme pour l'incubation dans la fabrication du fromage frais est suffisamment long pour qu'une durée appropriée de filtration  
40

sur membrane puisse y être incluse et la filtration sur membrane peut commencer immédiatement après la mise en culture avec les organismes, pour être achevée au moment où la teneur en calcium du milieu aqueux est suffisamment abaissée et avant que  
5 le pH du milieu aqueux soit passé à 5,4, ce milieu étant alors soustrait du contact de la membrane et accumulé dans un récipient où la précipitation finale se fait. Lors d'une culture produisant du yogourt, l'incubation à la température d'incubation optimale est habituellement trop rapide pour qu'un pro-  
10 gramme convenable de filtration sur membrane puisse être réalisé et, dans ce cas, l'incubation peut être ralentie par l'entretien de températures moins élevées, par exemple de 30°C, pendant la filtration sur membrane afin que le programme complet de filtration sur membrane puisse être achevé au moment  
15 où le milieu atteint un pH de 5,4, le milieu aqueux étant alors soustrait du contact avec la membrane et l'incubation étant poursuivie à la même température ou de préférence à 43-45°C.

Si les bactéries ont été détruites avant la filtration sur membrane, l'abaissement final du pH pour la précipitation de la caséine peut être effectué par addition d'un  
20 acide ou par remise en culture avec incubation.

De préférence, la teneur totale en protéine du milieu aqueux au terme de la filtration sur membrane est de  
3 à 20 % en poids, tandis que sa teneur en calcium est inférieure à 3,2 % et est spécialement de 0,8 à 3,2 % du poids de  
25 la caséine en présence, contre environ 3,9 % dans le lait.

Après sa coagulation, le produit peut subir d'autres opérations. Ainsi, il peut être mélangé avec du sucre, des fruits, des fragments de fruits ou de la crème. De  
30 l'air peut être incorporé au produit, éventuellement avec addition d'additifs de battage.

L'invention est illustrée par les exemples suivants dans lesquels les températures sont toujours données en °C. L'appareil de filtration sur membrane contient, comme  
35 membrane, une série de quinze feuilles sensiblement plates d'un copolymère polyionique montées en parallèle sur des plaques de support dans lesquelles sont ménagées des rainures en spirale délimitant des conduits dans lesquels le milieu aqueux à filtrer est pompé de façon continue au contact des feuilles, la surface de contact étant de 0,186 m<sup>2</sup>. Le facteur de refus R de  
40

la membrane est inférieur à 0,05 pour les sels minéraux et est de 0,15 pour le lactose et de 1,0 pour la protéine du sérum. La membrane semi-perméable pour la filtration est utilisée sous une différence de pression de 4 kg/cm<sup>2</sup> de part et d'autre de la membrane au point d'admission du milieu aqueux à la membrane.

#### Exemple 1

On chauffe à 40° du lait frais contenant, sur base pondérale, 3,3 % de protéine dont 2,6 % de caséine, 4,8 % de lactose et 3,7 % de graisse et on le soumet à la centrifugation pour séparer la crème et obtenir du lait écrémé contenant moins de 0,1 % en poids de graisse, mais dont les teneurs en protéine et en lactose sont sensiblement inchangées, puis on effectue une pasteurisation de 20 secondes à 85°.

On refroidit à 28° 12 litres de lait écrémé d'un pH de 6,7 qu'on ensemence d'une culture de type industriel pour fromage frais (2 % du volume du lait écrémé) contenant Streptococcus cremoris, Streptococcus lactis, Lactobacillus citrovorum et Streptococcus diacetylactis, puis on met le tout en incubation à 28° jusqu'à ce que le pH soit de 5,9 (150 minutes), après quoi on refroidit le lait à 18° pour mettre la culture en dormance.

On introduit le produit d'incubation dans l'appareil de filtration sur membrane et on l'y fait circuler pendant une durée de 2 heures, au cours de laquelle on réduit le volume au tiers de sa valeur initiale et on augmente la concentration totale en protéine jusqu'à 8 % en poids. Au terme de la filtration, le pH est de 5,7 à 5,8.

On soutire le produit d'incubation concentré de l'appareil de filtration, on le réchauffe à 28° pour réactiver la culture et on poursuit l'incubation jusqu'à ce que le pH soit de 4,5 (6 heures), la protéine ayant alors précipité en un fromage frais. Ce fromage frais a une teneur en calcium de 0,15 % en poids (2,35 % sur base de la caséine) et contient 2,9 % de lactose et 1,12 % d'acide lactique. Lorsqu'on effectue les mêmes opérations, mais en filtrant sur membrane avant la mise en culture, les quantités de calcium et d'acide lactique dans le fromage frais sont de 0,25 % et 1,6 % en poids, respectivement.

Exemple 2

On prépare et on ensemece, comme dans l'exemple 1, 12 litres de lait écrémé d'un pH de 6,7 puis on effectue l'incubation à 28° jusqu'à ce que le pH soit de 6,0 (150 minutes). On chauffe le produit incubé à 40° pour mettre la culture en état de dormance, puis on l'introduit et on le fait circuler à 40° dans l'appareil de filtration sur membrane pour une durée de 3 heures au terme desquelles le pH du liquide est de 5,6 et la concentration totale en protéine est augmentée jusqu'à 8,5 % en poids. On soutire le produit d'incubation concentré de l'appareil de filtration, on le refroidit à 28° pour réactiver les organismes de la fermentation et on poursuit l'incubation jusqu'à ce que le pH soit de 4,5 (6 heures), de manière à obtenir un fromage frais ayant une teneur en calcium de 0,18 % (2,65 % du poids de la caséine) et un acide lactique de 1,12 %.

Exemple 3

On prépare et on ensemece à 28° , comme dans l'exemple 1, 12 litres de lait écrémé d'un pH de 6,7, puis on introduit le lait et on le fait circuler à 28° dans l'appareil de filtration sur membrane. L'incubation progresse avec une chute du pH à 6,3, 6,15, 6,0 et 5,9, après 90, 120, 180 et 240 minutes, respectivement, au terme desquelles la concentration totale en protéine du produit d'incubation est de 9 % en poids. On retire le produit de l'appareil de filtration sur membrane et on laisse l'incubation se poursuivre à 28° jusqu'à ce que le pH soit de 4,5 (7 heures), la caséine ayant alors totalement précipité. Le fromage frais résultant contient, sur base pondérale, 0,17 % de calcium (2,35 % sur base de la caséine), 3 % de lactose et 1,2 % d'acide lactique.

Exemple 4

On acidifie du lait écrémé pasteurisé contenant à peu près 0,1 % en poids de calcium et 3,2 % en poids de protéine, au moyen d'une solution aqueuse à 5 % d'acide lactique, jusqu'à un pH de 6 au maximum, à 10° sans coagulation de protéine.

On concentre le lait acidifié à peu près jusqu'à un titre triple dans chaque cas à 10°, jusqu'à une concentration en protéine de 8 à 10 % en poids par ultra-

filtration comme dans l'exemple 1.

On réchauffe le concentré à peu près jusqu'à 28° et on y ajoute 1 % en poids de culture de fromage frais. On entretient la température pendant à peu près 8 heures au terme desquelles la coagulation de la protéine est sensiblement achevée. On recueille le produit comme d'habitude et on le soumet à une analyse dont les résultats sont donnés au tableau 1 qui précise d'autres particularités de la préparation des produits. Les produits sont d'une texture et d'un goût agréables et sont, sous ces rapports, comparables au fromage frais habituel.

Tableau 1

	Concentré		Fromage frais
	Pourcentage pondéral		
pH	Calcium, total	Protéine, total	Acidité titrable à pH 4,5
15	4,85	0,14	8,4
	5,45	0,16	9,4
	5,7	0,20	8,9
20	6,0	0,24	9,1

Le tableau 1 montre la relation progressive entre le pH du concentré et sa teneur totale en calcium, qui se traduit en outre par un abaissement avec le pH de l'acidité titrable du produit. Cette relation est confirmée dans d'autres essais au cours desquels l'acidification est effectuée avant la concentration par addition de 1 % en poids d'une culture de fromage frais à 28° au lieu d'acide lactique. Les résultats sont rassemblés au tableau 2. L'intervalle de pH donné dans chaque cas est celui existant en cours de concentration. La coagulation dans le cas des tableaux 1 et 2 est évitée par le maintien du lait à 10° ou à une température plus basse.

Tableau. 2

Concentré		Fromage frais	
Pourcentage pondéral			
pH	Calcium, total	Protéine, total	Acidité titrable à pH 4,5
5	-----	-----	-----
5,6- 4,8	0,14	6,5	1,08
5,9- 5,0	0,17	8,7	1,20
10 5,5- 4,9	0,16	8,8	1,21
-----			

Le tableau 2 montre que la relation entre les paramètres est sensiblement la même qu'au tableau 1.

Exemple 5

15 On acidifie du lait écrémé pasteurisé contenant 0,11 % en poids de calcium et 3,23 % en poids de protéine, au moyen d'acide chlorhydrique 0,1N, jusqu'à un pH de 5,6 à 10° et on le concentre par ultrafiltration à cette température jusqu'à une teneur finale en protéine de 9,18 % en poids.

20 On réchauffe le concentré à 28° et on le met en incubation à cette température avec 1 % en poids de culture de fromage frais pendant 10 heures au terme desquelles la coagulation de la caséine est sensiblement achevée.

25 On poursuit les opérations sur le produit qui se révèle agréable au goût et dont l'analyse indique une acidité titrable du caillé de 1,15 % en poids jusqu'au virage de la phénolphtaléine et une teneur totale en calcium du caillé de 0,19 %, en poids.

Exemple 6

30 On ensemente du lait écrémé pasteurisé du type décrit dans l'exemple 5 au moyen de 3 % en poids d'une culture de yogourt à 44°, on effectue l'incubation pendant 30 minutes au terme desquelles le pH est tombé à 6,2. On met la culture en état de dormance par refroidissement à 10°, puis on concentre  
35 le substrat par ultrafiltration comme ci-dessus pendant 90 minutes au cours desquelles le pH tombe à 5,9, de manière à obtenir un concentré contenant 10,1 % en poids de protéine, et

1,4 % en poids d'acidité titrable dans le caillé. La concentration est ainsi multipliée par à peu près trois.

5 On réchauffe le concentré à 28°, température à laquelle la culture de yogourt est encore à l'état dormant et on ajoute 1 % en poids de culture de fromage frais, puis on effectue l'incubation à cette température.

On recueille de la manière habituelle le fromage frais qui se révèle satisfaisant.

10 Le présent exemple illustre l'application d'une culture à effet rapide pour l'acidification du lait écrémé avant la préparation d'un produit qui s'obtient par incubation d'une seconde culture dans le concentré. La teneur en calcium du caillé est de 0,24 % en poids.



R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé de préparation d'un produit laitier pouvant donner par coagulation un produit coagulé de protéine ayant une teneur réduite en calcium, caractérisé en ce qu'on soumet un milieu aqueux contenant de la caséine dispersée à une filtration sur membrane effectuée en milieu acide et à une température à laquelle la caséine reste non précipitée.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on concentre le milieu aqueux pendant la filtration sur membrane jusqu'à une teneur totale en protéine qui est à peu près celle désirée pour le produit coagulé.

3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce qu'on soumet le milieu aqueux à la filtration sur membrane à un pH de 6,4 à 5,4.

4. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce qu'on soumet le milieu aqueux à la filtration sur membrane à un pH de 5,9 à 5,4.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on établit le pH auquel est effectuée la filtration sur membrane par addition d'un acide à un milieu aqueux contenant de la caséine et ayant un pH de 6,5 à 6,7.

6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce que l'acide ajouté est l'acide lactique.

7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le milieu aqueux contient du lactose et on établit le pH auquel est effectuée la filtration sur membrane en mettant le milieu en incubation avec une culture produisant de l'acide lactique.

8. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce que la culture est une culture de fromage frais.

9. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce que la culture est une culture de yogourt.

10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on ajuste la température du milieu aqueux pour empêcher la coagulation de la protéine jusqu'au moment où le calcium est séparé.

11. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 7 à 10 caractérisé en ce qu'on ajuste la température

à une valeur à laquelle la culture est à l'état dormant.

12. Procédé suivant la revendication 10 ou 11, caractérisé en ce qu'on ajuste la température par refroidissement.

5 13. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce qu'on ajuste la température par chauffage.

14. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce qu'on effectue la filtration sur membrane à un pH de 6,4 à 5,3 en même temps que l'incubation.

10 15. Procédé suivant la revendication 14, caractérisé en ce que le pH du milieu aqueux est de 6,2 à 5,3 pendant au moins 50 % de la durée pendant laquelle est effectuée la filtration sur membrane.

15 16. Procédé suivant la revendication 14 ou 15, caractérisé en ce que le pH du milieu aqueux est de 5,9 à 5,4 pendant au moins 90 % de la durée pendant laquelle est effectuée la filtration sur membrane.

20 17. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la teneur totale en protéine du milieu aqueux, au terme de la filtration sur membrane, est de 3 à 20 % en poids, tandis que sa teneur en calcium constitue 0,8 à 3,2 % du poids de la caséine présente.

25 18. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le milieu aqueux contenant de la caséine dispersée est du lait écrémé.

30 19. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on concentre le milieu aqueux jusqu'à une teneur en protéine qui est à peu près celle requise pour le produit coagulé, à un pH qui est à peu près celui auquel la caséine est coagulée lors de la préparation classique du produit recherché.

35 20. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on coagule ensuite la caséine par abaissement du pH du milieu aqueux.

21. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on coagule ensuite la caséine par ajustement de la température du milieu aqueux.

22. Procédé suivant les revendications 7 à 9, caractérisé en ce qu'on coagule la caséine par ajustement de la température pour faire recommencer l'incubation.

5 23. Produit laitier, obtenu par un procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes.

10 24. Produit laitier dont la teneur en protéine est sensiblement plus élevée et dont la teneur en calcium est sensiblement plus basse que celle du lait dont il provient, obtenu par un procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 22.

**This Page Blank (uspto)**